

Accession Nbr :

1976-73516X [39]

Title :

Novel di-carbazolyl-propanols as luminogens, modifiers and precursors -
prepd from corresp epoxy-carbazolyl-propane and carbazole

Derwent Classes :

A41 B02 E13

Patent Assignee :

(TOKI=) TOMSK KIROV POLY

Nbr of Patents :

1

Nbr of Countries :

1

Patent Number :

SU-474533 A 19760312 DW1976-39 *

Priority Details :

1973SU-1866874 19730103

IPC s :

C07D-027/68

Abstract :

SU-474533 A

Novel 1,3-di-(9'-carbazoyl)-propan-2-ols of formula (I), (where R1 and R2 are H or halogen), useful as lumogens, startig materials for polymers and physiologically-active substances, or polymer modifiers, are prepd. from a cpd. of formula (II), by heating in an org. solvent, e.g. acetone, in the presence of alkali, pref. at 30-50 degrees C.

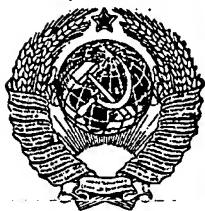
Manual Codes :

CPI: A01-E05 A01-E14 A08-M B06-D13 E06-D13

Update Basic :

1976-39

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
Совета Министров СССР
по делам изобретений
и открытий

Разрешение
на изобретение
исследованием МГА

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 474533

(61) Зависимое от авт. свидетельства —

(22) Заявано 03.01.73 (21) 1866874/23-4

(51) М. Кл. С 07d 27/68

с присоединением заявки № —

(32) Приоритет —

Опубликовано 25.06.75. Бюллетень № 23

(53) УДК 547.759.32.07
(088.8)

Дата опубликования описания 12.03.76

(72) Авторы
изобретения И. П. Жеребцов, Н. М. Ровкина, В. П. Лопатинский и Т. П. Катеринич

(71) Заявитель
Томский политехнический институт им. С. М. Кирова

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 1,3-ДИ-(9'-КАРБАЗОЛИЛ)- ПРОПАНОЛОВ-2

1

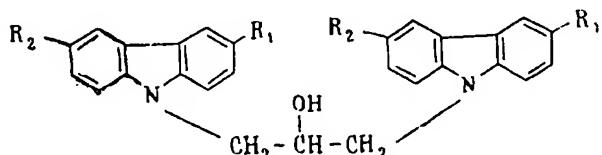
Предлагается способ получения новых соединений — 1,3-ди-(9'-карбазолил)пропанолов-2, которые могут быть использованы в качестве люмогенов, исходных веществ для получения полимеров и физиологически активных веществ или как модификаторы полимеров.

Использование известной в органической

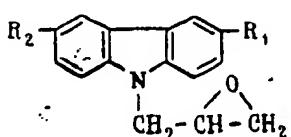
2

химии реакции взаимодействия окиси алкилена со вторичными аминами применительно к 1,2-эпокси-3-(9'-карбазолил)пропану и карбазолу дало возможность получить новые соединения — 1,3-ди-(9'-карбазолил)пропанолы-2, обладающие люмогенными свойствами.

Предлагаемый способ получения 1,3-ди-(9'-карбазолил)пропанолов-2 общей формулы 1

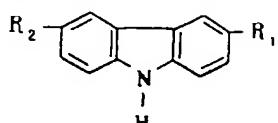


где R₁ и R₂ — одинаковые или различные и представляют водород или галоид, заключается в том, что 1,2-эпокси-3-(9'-карбазолил)пропан общей формулы 2



где R₁ и R₂ имеют указанные значения,

подвергают взаимодействию с карбазолом 10 общей формулы



где R₁ и R₂ имеют указанные значения, 20 при нагревании, предпочтительно при температуре 30–50°C, в среде органического растворителя, например ацетона, с последую-

щим выделением целевого продукта известным способом.

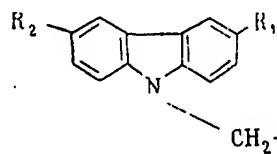
Взаимодействие веществ общих формул 2 и 3 осуществляют в присутствии щелочей и органических растворителей, способствующих ионизации веществ формулы 3 по типу кислот по связи азот—водород. В качестве таких растворителей могут быть использованы простые эфиры, кетоны, диметилформамид, диметилсульфоксид и др. В качестве щелочных-агентов с равным успехом могут быть применены как едкий натр, так и едкое кали, причем количество щелочи может равняться 0,1—2 моль на 1 моль вещества общей формулы 3.

Продолжительность процесса невелика и не превышает (при 30—60°C) 6 час.

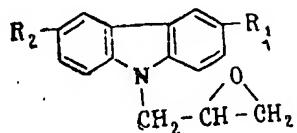
Вещества общей формулы 1 могут быть получены также путем промежуточного превращения карбазолов формулы 3 в вещества формулы 2 действием эпихлоргидрина на карбазолы в условиях предлагаемого способа, что позволяет избежать предварительного выделения веществ общей формулы 2 и тем самым упростить процесс. Существенным в этом случае для получения более высоких выходов веществ формулы 1, чем вещества формулы 2, является применение такого количества эпихлоргидрина, которого недостаточно для полного превращения вещества формулы 3 в вещества формулы 2.

Пример 1. 1,3-Ди-(9'-карбазолил)пропанол-2.

7 г 9-пропеноксида карбазола, 5 г карбазола, 2,1 г едкого кали в 100 мл ацетона выдерживают при 50°C при перемешивании до исчезновения карбазола, о чем судят, например, по результатам тонкослойной хроматографии, после чего продукт реакции выливают в воду, выпавший осадок отделяют и высушивают. Полученное вещество при необходимости очищают перекристаллизацией из подходящего растворителя, например из этилового спирта, получая 86,5% от теоретического



где R₁ и R₂—одинаковые или различные и представляют водород или галонд, отличающийся тем, что 1,2-эпокси-3-(9'-карбазолил)пропан общей формулы



где R₁ и R₂ имеют указанные значения,

1,3-ди-(9'-карбазолил)пропанола-2, т. пл. 179—180°C; гидроксильное число: найдено 4,26%, вычислено 4,36%.

Пример 2. 1,3-Ди-(9'-карбазолил-3',6'-дихлор)пропанол-2.

В условиях примера 1 из 9-пропеноксида-3,6-дихлоркарбазола и 3,6-дихлоркарбазола получают с выходом около 55% от теоретического соответствующий 1,3-ди-(9'-карбазолил-3',6'-дихлор)пропанол-2, т. пл. 234°C, гидроксильное число: найдено 2,85%, вычислено 3,03%.

Пример 3. 1,3-Ди-(9-карбазолил)пропанол-2.

15 4,2 г едкого кали, 10 г карбазола и 2,85 мл эпихлоргидрина в 100 мл ацетона перемешивают при 50°C до исчезновения карбазола, после чего реакционную смесь обрабатывают по методике, описанной в примере 1, получая свыше 60% от теоретического 1,3-ди-(9'-карбазолил)пропанола 2, т. пл. 179—180°C. Вещество идентично полученному по способу, описанному в примере 1.

Пример 4. 1,3-Ди-(9'-карбазолил-3',6'-дихлор)пропанол-2.

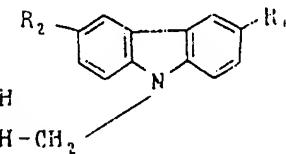
В условиях примера 3 из 3,6-дихлоркарбазола и эпихлоргидрина получают с выходом около 40% от теоретического соответствующий 1,3-ди-(9'-карбазолил-3',6'-дихлор)пропанол-2, т. пл. 234°C.

Пример 5. 1-(9'-Карбазолил)-3-(9'-карбазолил-3',6'-дихлор)пропанол-2.

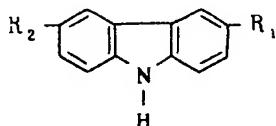
5 5 г 9-пропеноксида карбазола, 5,02 г 3,6-дихлоркарбазола, 2 г едкого кали в 50 мл ацетона перемешивают до исчезновения 3,6-дихлоркарбазола при 30°C. После обычных операций по выделению и очистке получают с выходом более 70% от теоретического 1-(9'-карбазолил)-3-(9'-карбазолил-3',6'-дихлор)пропанол-2, т. пл. 133—134°C.

Предмет изобретения

1. Способ получения 1,3-ди-(9'-карбазолил)пропанолов-2 общей формулы



45 подвергают взаимодействию с карбазолом общей формулы



50 55 где R₁ и R₂ имеют указанные значения, при нагревании в среде органического растворителя, например ацетона, в присутствии

щелочи с последующим выделением целевого продукта известным способом.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что процесс осуществляют при 30—50°C.

Составитель С. Дашкевич

Редактор О. Кузнецова

Техред М. Семенов

Корректор А. Дзесова

Заказ 291/7

Изд. № 922
ЦНИИПИ Государственного комитета Совета Министров СССР
по делам изобретений и открытий
Москва, Ж-33, Раушенская наб., д. 4/5

Тираж 529

Подписанное

Типография, пр. Салунова, 2